

10/509540

日 本 国 特 許 庁

JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP03/04039

Rec'd PCT/PTO 27 SEP 2004

28.03.03 #2

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年10月11日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-299367

[ST.10/C]:

[JP2002-299367]

出 願 人

Applicant(s):

新日本製鐵株式会社

REC'D 20 JUN 2003

WIPO

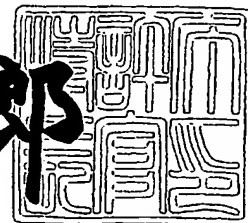
PCT

PRIORITY  
DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 6月 2日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3042116

【書類名】 特許願

【整理番号】 1024827

【提出日】 平成14年10月11日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C22C 38/02

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県富津市新富 2 0 - 1 新日本製鐵株式会社 技術  
    開発本部内

    【氏名】 中村 修一

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県富津市新富 2 0 - 1 新日本製鐵株式会社 技術  
    開発本部内

    【氏名】 本間 穂高

【特許出願人】

    【識別番号】 000006655

    【氏名又は名称】 新日本製鐵株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100077517

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 石田 敬

    【電話番号】 03-5470-1900

【選任した代理人】

    【識別番号】 100092624

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 鶴田 準一

【選任した代理人】

    【識別番号】 100113918

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 亀松 宏

【選任した代理人】

【識別番号】 100082898

【弁理士】

【氏名又は名称】 西山 雅也

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 036135

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0018106

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 皮膜密着性の極めて優れた方向性電磁鋼板の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 質量%で、Si；2.5%～4.5%、Ti；0.1%～0.4%、C；0.030～0.10%を含み、残部実質的にFeおよび不可避免の不純物からなる鋼を溶製し、鑄造し、熱延し、次いで冷延する際に、冷間圧延の複数パスのパス間に100℃～500℃の温度域で1分以上保持する熱処理を少なくとも1回施し、引き続き高温焼鈍を施すことを特徴とする皮膜密着性の極めて優れた方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項2】 質量%で、Si；2.5%～4.5%、Ti；0.1%～0.4%、C；0.030～0.10%を含み、残部実質的にFeおよび不可避免の不純物からなる鋼を溶製し、鑄造し、熱延し、次いで冷間圧延を1パス目の出側以降100℃～500℃の温度域で行い、引き続き高温焼鈍を施すことを特徴とする皮膜密着性の極めて優れた方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項3】 質量%で、Si；2.5%～4.5%、Ti；0.1%～0.4%、C；0.030～0.1%、含み残部実質的にFeおよび不可避免の不純物からなる鋼を溶製し、鑄造し、熱延し、冷延し、引き続き高温焼鈍を施し、次いで700℃以上の温度で平坦化焼鈍を行い、更に絶縁コーティングの塗布、焼き付けを行うことを特徴とする請求項1または2に記載の皮膜密着性の極めて優れた方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項4】 熱延板に700～1200℃の温度域で30秒～30分間の焼鈍を施すことを特徴とする請求項1～3のいずれかの項に記載の皮膜密着性の極めて優れた方向性電磁鋼板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、密着性に優れた磁気特性の良好な方向性電磁鋼板の製造方法に関するものである。

【0002】

## 【従来の技術】

方向性電磁鋼板は変圧器、回転機、リアクトル等の鉄心材料として、工業的に最も一般的に用いられる軟磁性材料であり、物理学で用いられるミラー指数で<100>と表現される、最も容易に磁化される方位が圧延方向にほぼ揃えられた結晶粒から構成される鋼板である。即ち、多結晶鋼板でありながら単結晶鋼板であるかのごとく特定方向への磁化特性が優れ、それゆえに鉄損（鉄心でのエネルギー損失）特性に優れた工業製品として望ましい材料である。方向性電磁鋼板は、一般に二次再結晶と呼ばれる現象を活用して結晶の磁化容易軸を特定方向に揃えるのだが、工業技術として公に開示された例としては、P. N. Gossによる、特許文献1、田口、坂倉らの特許文献2、今井、斎藤らの特許文献3等を挙げることができる。

## 【0003】

当該技術に依れば、二次再結晶はシリコンを多く含んだ鋼に、インヒビターと通称される第二分散相としてMnS他、種々の化合物を析出させ、冷間圧延と焼鈍とを組み合わせることで二次再結晶を発現させている。これらの製造方法においては、冷延後、仕上焼鈍に先立って、脱炭焼鈍を行うという共通点があるが、製鋼段階で調整した炭素は二次再結晶の進行それ自体には全く不要な元素である。実際には、例えば、特許文献2に記載された方法では、MnSとAlNを適切に分散析出させるために必要な元素、即ち二次再結晶の準備のために必要な元素でしかなく、通常、二次再結晶を行う焼鈍工程前に鋼中から除去しなければならない。

## 【0004】

また、これらの方法では、熱延に先立って鋼塊またはスラブの加熱を1350℃以上という超高温で実施しなければならない、この負担を回避するために菅らは特許文献4に開示されるスラブ加熱温度を低温化し二次再結晶に必要なインヒビターを冷延工程以後に作り込む新たな技術を発明している。この方法であれば炭素を予め鋼中に含有させる必要性が低下し脱炭焼鈍を省略する事も可能と考えられるが、冷間圧延から二次再結晶焼鈍に至るまでに鋼板外部から窒素を鋼中にドープする必要があり、結果としての焼鈍工程省略はできていない。結論的に言え

ば、従来技術においては、二次再結晶の冶金原理に鑑みて元来不要な脱炭焼鈍もしくは冷延と二次再結晶焼鈍に挟まれた独立工程としての焼鈍工程を、省略することが困難である。

【 0 0 0 5 】

脱炭工程省略という課題については、河面らによる、例えば、特許文献 5 等が更なる検討対象と成りうる。彼らは旧来の方法を応用し、溶製段階で鋼中に炭素を含有させず、二次再結晶鋼板を得ることに成功している。しかし実際には二次再結晶焼鈍に先立つ冷延後の焼鈍を完全には省略できてはいない。なぜならば、方向性電磁鋼板の製品要件である皮膜を形成するために、鋼板表面に僅かな酸化層を形成させて二次再結晶焼鈍に必要な焼鈍分離剤の一部と反応させなければならず、そのためには、脱炭焼鈍と同様の湿潤雰囲気中焼鈍を導入する方が技術的に容易であったからである。またさらには、この方法においても熱延に先立つ鋼塊あるいはスラブの加熱温度は 1 3 5 0℃以上の超高温でなければならず大きな負担を強いられる技術であることに変わりはない。

【 0 0 0 6 】

【特許文献 1】

米国特許第 1 9 6 5 5 5 9 号公報

【特許文献 2】

特公昭 3 3 - 4 7 1 0 号公報

【特許文献 3】

特公昭 3 8 - 8 2 1 4 号公報

【特許文献 4】

特開昭 5 7 - 1 6 5 0 6 6 号公報

【特許文献 5】

特開昭 5 5 - 7 3 8 1 8 号公報

【 0 0 0 7 】

【発明が解決しようとする課題】

スラブ加熱温度の低温化および脱炭焼鈍工程という負荷の軽減に対して、本発明者らは、鋼に Ti, C を適量添加し TiC 析出物をインヒビターとして作用さ

せて、冷延板を直接仕上焼鈍に供することで方向性電磁鋼板を製造する方法を開発した。この方法によれば、二次再結晶後不要となったTiCインヒビターはやがて鋼板表面に偏析・析出し皮膜模様となって、方向性電磁鋼板の製品要件を満たすに至る。即ち仕上焼鈍に先立つ鋼板表面での酸化層形成を不要とする。さらには、スラブ加熱温度は1250℃と普通鋼と同等であり、スラブ加熱温度の負担の少ない製造技術として成立しうる。

## 【0008】

前記の方法は、TiC析出物をインヒビターとして用いる新規の技術であるため、二次再結晶発現の安定性などに関しては検討の余地があり、本発明者らは、前記方法における二次再結晶の安定性についてさらに詳細に検討した。その結果、冷延工程において、温間圧延もしくはそれに相当する熱処理を施すことによって二次再結晶の安定性が格段に向上することを知見した。

## 【0009】

本発明は、製造コストが安価で、密着性の極めて良好な皮膜をもつ磁気特性良好な方向性電磁鋼板の製造方法を提供すること、とりわけ二次再結晶の安定性を高めることである。

## 【0010】

## 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、TiCをインヒビターとした場合の二次再結晶を安定化させる方法を探索するため、まず二次再結晶過程でのTiC析出物の分布状態および結晶粒界の移動変化等を詳細に解析した。その結果明らかになったのは、鋼中TiCの総量は必ずしも減少せず、むしろTiCの析出サイズが大きくなって、その個数が減り粒界移動阻止力の低下を引き起こすことを突き止めた（析出物のピン止め力はその数およびその断面積に比例するが、総量一定で析出サイズが大きくなると数はサイズの3乗で減少し断面積はサイズの2乗で増加し、その結果ピン止め力は析出サイズに反比例して減少する）。TiCの粗大化が容易であるという事実は、Cが極めて拡散しやすく、TiCの固溶および再析出が活性化されていることと考えることができる。

## 【0011】

そこで次に、本発明者らは、この特徴を生かした製造方法について検討した。具体的には容易に粗大化してしまうTiCをインヒビターとして使用した場合であっても二次再結晶を安定化させる方策について検討した。当該の製造方法においては、TiCは基本的にインヒビターとしてのみ作用していると考えられることができるが、熱的に活性であることを活用できる可能性を追求し、最終焼鈍前の冷間圧延における熱的条件を変化させることにより、二次再結晶直前のインヒビターの状態を変化させ二次再結晶が安定化できるのではないかと考え調査を行った。その結果、以下に示す製造方法により安定した二次再結晶が確かに実現され、新たな発明の根幹技術となりうることを知見した。そこで、当技術をさらに発展させるため、熱延板焼鈍に関する調査を引き続き行い、熱延板焼鈍の効果を確認した。本発明の要旨とするところは以下の通りである。

#### 【0012】

(1) 質量%で、Si ; 2.5%~4.5%、Ti ; 0.1%~0.4%、C ; 0.030~0.10%を含み、残部実質的にFeおよび不可避的不純物からなる鋼を溶製し、鑄造し、熱延し、次いで冷延する際に、冷間圧延の複数パスのパス間に100℃~500℃の温度域1分以上保持する熱処理を少なくとも1回施し、引き続き高温焼鈍を施すことを特徴とする皮膜密着性の極めて優れた方向性電磁鋼板の製造方法。

#### 【0013】

(2) 質量%で、Si ; 2.5%~4.5%、Ti ; 0.1%~0.4%、C ; 0.030~0.10%を含み、残部実質的にFeおよび不可避的不純物からなる鋼を溶製し、鑄造し、熱延し、次いで冷間圧延を1パス目の出側以降100℃~500℃の温度域で行い、引き続き高温焼鈍を施すことを特徴とする皮膜密着性の極めて優れた方向性電磁鋼板の製造方法。

#### 【0014】

(3) 質量%で、Si ; 2.5%~4.5%、Ti ; 0.1%~0.4%、C ; 0.030~0.1%含み、残部実質的にFeおよび不可避的不純物からなる鋼を溶製し、鑄造し、熱延し、冷延し、引き続き高温焼鈍を施し、次いで700℃以上の温度で平坦化焼鈍を行い、更に絶縁コーティングの塗布、焼き付けを行



うことを特徴とする（１）または（２）に記載の皮膜密着性の極めて優れた方向性電磁鋼板の製造方法。

【 0 0 1 5 】

（４）熱延板に700～1200℃の温度域で30秒～30分間の焼鈍を施すことを特徴とする（１）～（３）のいずれかの項に記載の皮膜密着性の極めて優れた方向性電磁鋼板の製造方法。

【 0 0 1 6 】

【発明の実施の形態】

次に、本発明の構成要件を限定した理由について述べる。

【 0 0 1 7 】

まず鋼の成分組成について述べる。以下の説明において鋼の成分組成の量はいずれも質量％である。

【 0 0 1 8 】

Siは、4.5％を超えると脆化が激しくなり、スリット、剪断等の加工で所定の形状を得ることが困難になることから4.5％以下とした。2％を下回ると、商用周波数における使用で発生するエネルギー損失のうちの渦電流損が増大して磁気特性が劣化するので、2％以上とした。

【 0 0 1 9 】

Tiは、0.1％を下回ると、電気機器成型時の熱処理でTiC皮膜の分解が発生するので0.1％以上とした。0.4％を超えると同じ熱処理時に雰囲気と反応して鋼中に介在物を発生させるので0.4％以下とした。

【 0 0 2 0 】

Cは、溶製時点で0.035％を下回ると冷延後の高温焼鈍で二次再結晶が発現しないので0.035％以上とした。0.1％を超えると、二次再結晶完了後の純化焼鈍で鋼中の炭素量を0.0030％以下とすることが困難なので0.1％以下とした。

【 0 0 2 1 】

本発明における特徴は冷間圧延工程にある。冷間圧延を100℃～500℃の温度域で行うこと、または冷間圧延の複数パスのパス間に100℃～500℃の

温度域 1 分以上保持する熱処理を少なくとも 1 回以上施すことにより本発明の効果をを得ることができる。

#### 【0022】

図 1 に上記の結論を導いた実験結果を示す。実験においては、Si:3.5%、Ti:0.2%、C:0.05%の鋼を 1250℃のスラブ加熱温度で熱延し、板厚を 2.0mm とし、冷間圧延途中に熱処理をしないもの、冷延途中のパス間に熱処理温度を 20℃～600℃とした 5 分間の熱処理を 5 回行い、板厚を 0.22mm とし、その後仕上焼鈍として、乾水素中で 950℃まで加熱した後 2 時間保定し、さらに 1150℃まで昇温して 20 時間保持した。

#### 【0023】

図 1 に得られた試料の B8 の平均値を示す。この B8 の意味するところは単なる磁気特性の評価値だけでなく、製造安定性の評価値でもある。安定的に磁性が得られない場合、B8 の低いサンプルが比較的多くなるので、簡便に B8 の平均値を用いて製造安定性の評価も行っている。図 1 より、冷延途中の熱処理の効果が 100℃から出現し、500℃付近までその効果が持続していることがわかる。この理由について明確に結論づけられないが、少なくとも冷延前の急冷を伴う熱延板焼鈍で固溶 C をつくり込み、固溶 C のエージング効果によるもの（例えば、特公昭 54-13846 号）と全く同じであるとは考えにくい。その理由は、本発明では、成分的に従来の電磁鋼板とは異なり Ti を多く導入し、C は基本的に Ti と結合し TiC となっており、インヒビターそのものとして利用するからである。また、本実験では冷間圧延途中の熱処理を行ったが冷間圧延自体を 100℃～500℃の温度域で行っても同様の効果が得られる。

#### 【0024】

本発明における仕上焼鈍後、基本的には TiC からなる極めて密着性良く強固な皮膜が形成されるが、これは完全な絶縁体ではないので、電気機器に組み込む際の特性向上を図るために絶縁コーティングの塗布、焼き付けを行うことは有用である。

#### 【0025】

このようにして得られた方向性電磁鋼板の表面に傷導入、歪み付与、溝形成お

よび異物混入のいずれかの手段によって磁区を細分化すると鉄損が大きく低減する効果がある。TiC皮膜を有する本発明に係る方向性電磁鋼板にこの様な処置を施した場合、TiC皮膜を有さない従来の材料に比べて皮膜の軟化、張力の低下が見られず極めて有利である。以下、実施例により更に詳しく本発明を説明する。

【0026】

【実施例】

＜実施例1＞

Si:3.5%、Ti:0.2%、C:0.05%の鋼を真空溶製し、180mm厚み450mm幅で連続鑄造して4tスラブとし、1250℃でスラブ加熱した後2.3mm厚まで熱延し、さらに冷延途中に20～600℃の温度で1～60分の熱処理を0回～5回挟みながら0.23mm厚まで冷延し、コイル状に巻取り、乾水素中で950℃まで加熱した後2時間保定し、さらに1150℃まで昇温して20時間保持した。その後、コイルを展開し、長さ100mおきに試料採取して幅エッジから50mm、150mm、250mm、350mm位置でエプシュタイン試料を作成し、磁気測定を行い得られたB<sub>8</sub>値の平均値を表1に示した。

【0027】

【表1】

表1

冷延途中 熱処理回数	熱処理温度 (°C)	熱処理時間 (分)	磁性 : B 8 (T)	
0	—	—	1. 7 8	比較例
1	5 0	6 0	1. 8 1	比較例
1	1 0 0	3 0	1. 8 6	本発明
1	2 0 0	5	1. 9 0	本発明
1	3 0 0	1	1. 8 9	本発明
1	4 0 0	1	1. 8 9	本発明
1	5 0 0	1	1. 8 6	本発明
1	6 0 0	1	1. 7 9	比較例
1	6 0 0	6 0	1. 7 2	比較例
5	5 0	5	1. 8 2	比較例
5	1 0 0	5	1. 8 9	本発明
5	2 0 0	5	1. 9 2	本発明
5	3 0 0	1	1. 9 3	本発明
5	4 0 0	1	1. 9 0	本発明
5	5 0 0	1	1. 9 1	本発明
5	6 0 0	1	1. 7 7	比較例

【0028】

表1より冷間圧延途中の熱処理により磁気特性が向上する効果が明らかである

# <実施例2>

実施例1の条件において圧延温度を変化させて冷間圧延を施した場合の磁気特性を表2に示す。なお、圧延温度は1パス目出側以降の出側温度の平均値である

【0029】

【表 2】

表 2

圧延温度 (°C)	磁性 : B 8 (T)	
38	1.78	比較例
56	1.82	比較例
103	1.87	本発明
184	1.88	本発明
275	1.90	本発明
392	1.89	本発明
488	1.86	本発明
573	1.76	比較例

## 【0030】

表 2 から明らかなように、圧延温度を 100°C ~ 500°C の範囲とした場合に、優れた磁気特性が得られることが確認できた。

## &lt;実施例 3&gt;

実施例 1 の条件において、熱延板に 1050°C × 30 秒の熱延板焼鈍を施した場合の磁気特性を表 3 に示す。

## 【0031】

【表 3】

表 3

熱延板焼鈍	冷延途中 熱処理回数	熱処理温度 (°C)	熱処理時間 (分)	磁性 : B 8 (T)	
なし	0	—	—	1.78	比較例
なし	5	200	1	1.85	発明例
あり	5	200	1	1.89	発明例

## 【0032】

表 3 より熱延板焼鈍を施すことにより、冷間圧延途中の熱処理の効果が特に顕

著となることがわかる。

【0033】

【発明の効果】

本発明により、脱炭焼鈍を省略でき製造コストが安価で、密着性のきわめて良好な皮膜をもつ磁気特性良好な方向性電磁鋼板の製造することが可能になった。

【図面の簡単な説明】

【図1】

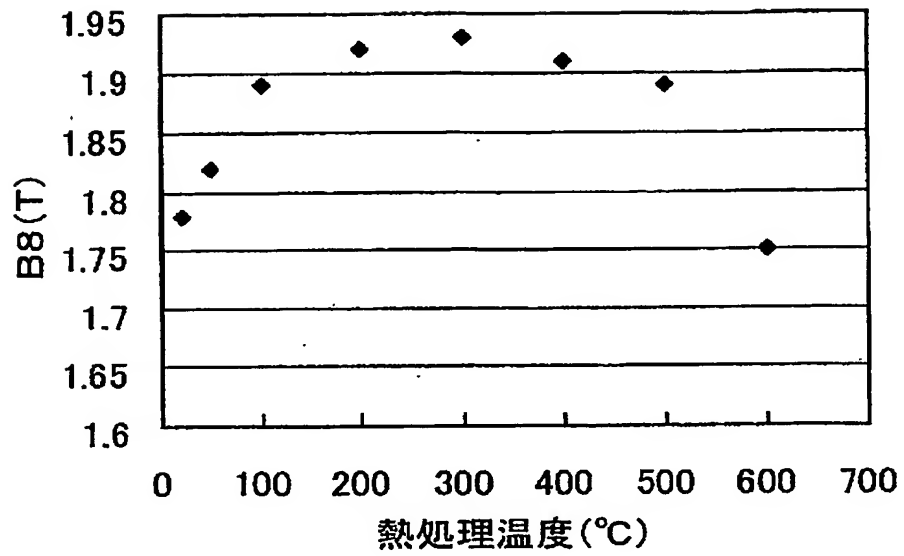
冷間圧延途中での熱処理温度が及ぼす鋼板の磁束密度  $B_8$  への影響を示す図である。

【書類名】

図面

【図 1】

図 1



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 製造コストが安価で、密着性のきわめて良好な皮膜をもつ磁気特性良好な方向性電磁鋼板の製造方法を提供する。

【解決手段】 T i C をインヒビターに用い、脱炭工程を省略し、かつ高温焼鈍時に密着性の極めて良好な T i C 皮膜を形成させ、冷間圧延時に冷間圧延の複数パスのパス間に 1 0 0 ℃ ～ 5 0 0 ℃ の温度域 1 分以上保持する熱処理を少なくとも 1 回以上施すことにより製造コストが安価で、密着性のきわめて良好な皮膜をもつ磁気特性良好な方向性電磁鋼板の製造方法。

【選択図】 図 1



出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000006655]

1. 変更年月日	1990年 8月10日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区大手町2丁目6番3号
氏 名	新日本製鐵株式会社